

TNO-Defensieonderzoek

Pri: Laboratorium TNO

TD 92-2756

TNO-rapport

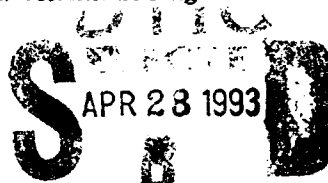
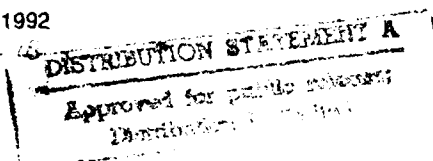
PML 1992-68

november 1992

Exemplaar no: 1

Kwalificatie/classificatie van explosieve stoffen
en munitie

Rapport II: Testontwikkeling



Auteur(s):

M.W.L. Dirkse, R. Eerligh,
E.G. de Jong, W.P.C. de Klerk,
H.H. Kodde, P. Schuurman

TDCK RAPPORTENCENTRALE

Frederikkazerne, gebouw 140
v/d Burchlaan 31 MPC 16A
TEL. : 070-3166394/6395
FAX. : (31) 070-3166202
Postbus 90701
2509 LS Den Haag



AD-A263 373



Lange Kleweg 137
Postbus 45
2280 AA Rijswijk

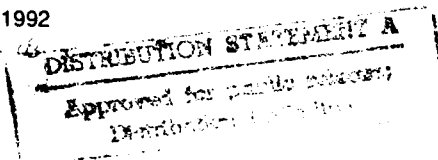
Fax 015 - 84 39 91
Telefoon 015 - 84 28 42

TNO-rapport

PML 1992-68

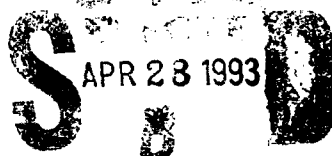
november 1992

Exemplaar no:



Kwalificatie/classificatie van explosieve stoffen
en munitie

Rapport II: Testontwikkeling



Auteur(s):

M.W.L. Dirkse, R. Eerligh,
E.G. de Jong, W.P.C. de Klerk,
H.H. Kodde, P. Schuurman

DO-opdrachtnummer:

A91/K/428

Rapport:

ONGERUBRICEERD

Titel:

ONGERUBRICEERD

Samenvatting:

ONGERUBRICEERD

Bijlage(n):

-

Oplage:

38

Aantal pagina's:

(incl. bijlagen, excl. distr. lijst en RDP)

39

Aantal bijlagen:

-

Alle rechten voorbehouden.
Niets uit deze uitgave mag worden
vermenigvuldigd en of openbaar gemaakt
door middel van druk, fotokopie, microfilm
of op welke andere wijze dan ook, zonder
voorafgaande toestemming van TNO.

Indien dit rapport in opdracht werd
uitgebracht, wordt voor de rechten en
verplichtingen van opdrachtgever en
opdrachtnemer verwezen naar de
Algemene Voorwaarden voor Onderzoeks-
opdrachten aan TNO, dan wel de
betreffende terzake tussen partijen
gesloten overeenkomst.
Het ter inzage geven van het TNO-rapport
aan direct belanghebbenden is toegestaan.

TNO

93-08943



93 4 28 0 10

Samenvatting

Om de Krijgsmacht te voorzien van adequate ondersteuning op het gebied van kwalificatie/classificatie van explosieve stoffen en munitie, is door het PML-TNO een opdracht uitgevoerd waarin een aantal oriënterende werkzaamheden zijn verricht op hiervoor genoemde gebied. De werkzaamheden hebben plaatsgevonden in de periode juni 1991 - juni 1992.

In de eerste plaats heeft een inventarisatie plaatsgevonden van relevante STANAG's en AOP's. Daarnaast is geïnventariseerd welke kwalificatie/classificatie tests op het PML-TNO kunnen worden uitgevoerd. Hiervan wordt verslag gedaan in het PML-TNO rapport getiteld: "Kwalificatie/classificatie van explosieve stoffen en munitie, Rapport I: Overleg en inventarisatie".

Naast deze inventariserende werkzaamheden op het gebied van kwalificatievoorschriften en beschikbare tests is aangevangen met het moderniseren van een aantal tests. Dit betreft de vacuümstabiliteitstest, de vonk test en "differential scanning calorimetry". Verder is ervaring opgedaan met de uitvoering van de relatief nieuwe testserie 7 uit het oranje boek. Daarnaast worden diverse aanbevelingen gedaan die betrekking hebben op de genoemde kwalificatie en classificatie tests.

Summary

In order to supply the armed forces with adequate support in the field of qualification/classification of explosive substances and munition, the TNO-PML performed a research assignment in which a number of preliminary activities were executed in the field mentioned above. The activities were carried out in the period June 1991 - June 1992.

First, an overview is made of the relevant STANAG's and AOP's. Furthermore, it was checked which of the tests for qualification/classification can be executed at the TNO-PML. That was reported in the TNO-PML report, under the title: "Kwalificatie/classificatie van explosieve stoffen en munitie, Rapport I: Overleg en inventarisatie" (Qualification/classification of explosive substances and munition, Report I: Consultations and inventory).

Apart from these activities in the field of qualification regulations and available test methods, modernisation of a number of tests has commenced. This concerns the vacuum stability test, the spark test and differential scanning calorimetry. Furthermore, experience was obtained with the execution of the relatively new test series 7 from the orange book. Beside that, several recommendations are made concerning the qualification and classification tests mentioned before.

INHOUDSOPGAVE

	SAMENVATTING/SUMMARY	2
	INHOUDSOPGAVE	3
1	INLEIDING	5
2	VACUÛMSTABILITEITSTEST	6
2.1	Inleiding	6
2.2	Relatie vacuÛmstabiliteitstest met STANAG/AOP	7
2.3	Status vacuÛmstabiliteitstest bij aanvang project	8
2.4	Uitgevoerde activiteiten '91/'92	8
3	DIFFERENTIAL SCANNING CALORIMETRY	9
3.1	Inleiding	9
3.2	Toepasbaarheid van de test	12
3.3	Relatie met AOP-7	12
3.4	Status van de apparatuur	12
3.5	Activiteiten in '91 en '92	13
3.6	Stand van zaken met betrekking tot ontwikkeling	13
3.7	Toekomst en planning	14
4	VONKTEST	15
4.1	Inleiding	15
4.2	Relatie vonktest met STANAG/AOP	16
4.3	Status vonktest bij aanvang project	19
4.4	Uitgevoerde activiteiten in '91/'92	20
4.5	Toekomstplanning van activiteiten	21

5	VN TESTSERIE 7	21
5.1	Achtergrond van testserie 7	21
5.2	EIDS gap test (serie 7b)	23
5.3	EIDS external fire test (serie 7e)	28
5.4	EIDS slow cook-off test (serie f)	36
6	CONCLUSIES/AANBEVELINGEN	37
7	ONDERTEKENING	38
8	REFERENTIES	39

Accession For	
NTIS	<input checked="checked" type="checkbox"/>
DTIC TAB	<input type="checkbox"/>
Unannounced	<input type="checkbox"/>
Justification	
By	
Distribution/	
Availability Codes	
Dist	
A-1	

1 INLEIDING

Recentelijk is door het Ministerie van Defensie een voorschrift uitgebracht betreffende het typeclassificeren van munitie en het kwalificeren van explosieve stoffen (ministeriële publicatie MP 40-22 [1]). Het voorschrift stelt regels vast die binnen de Krijgsmacht gelden voor het typeclassificeren van munitie en het kwalificeren van explosieve stoffen voor militair gebruik.

Op een aantal deelgebieden binnen dit kwalificatie/classificatiewerk wordt het geacht dat het Prins Maurits Laboratorium TNO ondersteuning gaat verlenen aan de Krijgsmacht.

Om afstemming te bereiken binnen deze veelomvattende materie tussen de wensen van de Krijgsmacht en de mogelijkheden van PML-TNO is een K-opdracht geformuleerd. Deze opdracht (A91/K/428) had in eerste instantie een verkennend karakter. Het werkplan voor deze opdracht omvatte de volgende punten:

- a het voeren van overleg met de krijgsmachtonderdelen over de wensen met betrekking tot de te verlenen ondersteuning;
- b het inventariseren van op het PML aanwezige tests en expertise op het gebied van classificatie/kwalificatie;
- c het bestuderen van de relevante STANAG's, AOP's (AP's) en het United Nations Recommendations on the Transport of Dangerous Goods (Oranje boek, [2]) teneinde een overzicht te verkrijgen van eisen die op het gebied van explosieve stoffen (kruit, springstoffen, pyrotechnische mengsels) en munitie (inclusief aspecten van verpakking) worden gesteld;
- d het actueel houden van bestaande kennis betreffende kwalificatie/classificatie door middel van het bijwonen van vergaderingen en congressen (onder andere in het kader van de "Organisation for Economic Co-operation and Development, International Group of experts on the explosion risks of Unstable Substances", OECD-IGUS);
- e het opbouwen en moderniseren van belangrijke tests (zoals de vonktest, vacuümstabiliteitstest);
- f het automatiseren van de "Differential Scanning Calorimetry" (DSC), welk instrument een belangrijk onderdeel vormt in de kwalificatieprocedure.

Van de uitgevoerde activiteiten conform het werkplan, in de periode juni 1991 t/m juni 1992, wordt verslag gedaan in een tweetal rapporten. In het rapport 'Kwalificatie/classificatie van explosieve stoffen en munitie. Rapport I: Overleg en inventarisatie' worden de activiteiten met betrekking tot punt a t/m d van het werkplan behandeld.

Het onderhavige rapport bevat het verslag van de activiteiten, die zijn uitgevoerd in het kader van punt e en f, te weten:

- het moderniseren van de vacuümstabiliteitstest;
- het automatiseren van de "Differential Scanning Calorimetry";
- het operationeel maken van de vonktest;
- het ervaring opdoen met VN Test serie 7 uit het oranje boek.

Daarnaast worden in dit rapport conclusies getrokken en aanbevelingen gedaan.

2 VACUÛMSTABILITEITSTEST

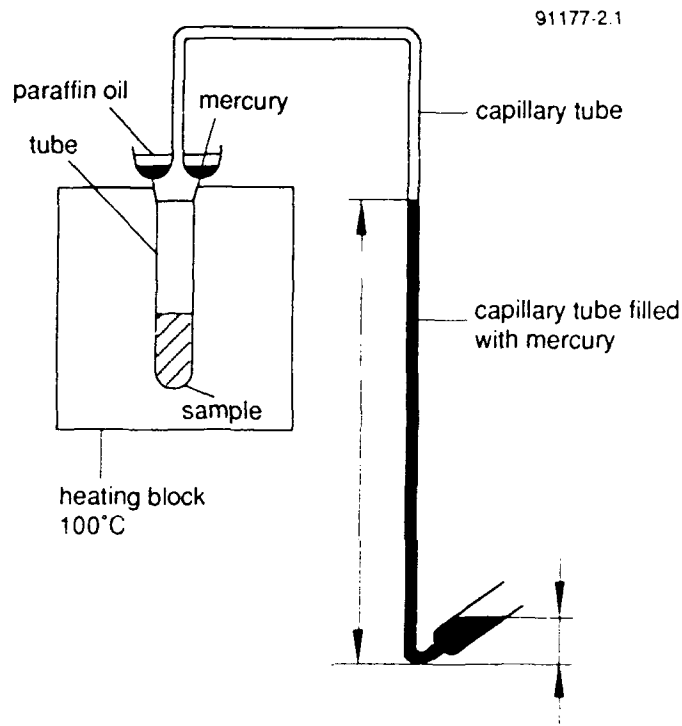
2.1 Inleiding

De vacuümstabiliteitstest wordt gebruikt voor het bepalen van de thermische stabiliteit van springstoffen en kruiden op basis van de hoeveelheid gas die vrij komt bij verhitting van de betreffende explosieve stof onder vacuüm bij een bepaalde constante temperatuur gedurende een bepaalde tijd.

Onder de standaardomstandigheden voor de test wordt 5 gram van de explosieve stof 40 uur bij een temperatuur van 100°C of 120°C (nitroglycerinekruid 90°C) verhit. De ontwikkelde gassen worden met behulp van een kwikmanometer gemeten. Een schematische weergave van de opstelling is weergegeven in figuur 2.1.

De uitvoering van deze test is onder andere, vastgelegd in MIL-STD-286B, method 403.1.3 ("Propellants, solid: Sampling, Examination and Testing"), en MIL-STD-650, method 503.1 ("Explosive: Sampling, Inspection and Testing").

De hoeveelheid gas die bij het testen van een explosieve stof ontwikkeld wordt, kan vergeleken worden met die van vorige tests met hetzelfde type stof. Daardoor kan vastgesteld worden of de te testen stof minder stabiel is dan gewoonlijk het geval is. Kleine hoeveelheden van bepaalde verontreinigingen in de explosieve stof kunnen namelijk een nadelige invloed uitoefenen op de stabiliteit van die stof. Een verminderde stabiliteit van de explosieve stof is enerzijds nadelig voor de houdbaarheid van deze stof en kan anderzijds aanleiding zijn voor minder gewenste effecten bij het functioneren.



Figuur 2.1 Schematische weergave van de vacuümstabiliteitstest

2.2 Relatie vacuümstabiliteitstest met STANAG/AOP

Een niet onbelangrijke toepassing van de vacuümstabiliteitstest is de reactiviteitstest die bij het onderzoek naar de verenigbaarheid van explosieve stoffen met andere explosieve stoffen en constructiematerialen die in munitie gebruikt worden. Door contact met bepaalde materialen kan de stabiliteit van een explosieve stof afnemen. Door uitvoering van de vacuümstabiliteitstest aan een mengsel van de explosieve stof en een te testen materiaal en het resultaat daarvan te vergelijken met de tests van de componenten afzonderlijk, kan vastgesteld worden of door het contact in het mengsel een extra hoeveelheid gas ontwikkeld wordt. De uitvoering van deze test is vastgelegd in onder andere STANAG 4147 ("Chemical Compatibility of Ammunition Components with Explosives and Propellants"), waarbij ook criteria voor de extra hoeveelheid gas gegeven worden.

2.3 Status vacuümstabiliteitstest bij aanvang project

Op het PML vindt de uitvoering van de vacuümstabiliteitstest met behulp van kwikmanometers plaats. In een aantal landen wordt al enkele jaren gebruik gemaakt van drukopnemers ("pressure-transducers"). Een belangrijke reden hiervoor is dat het gebruik van het giftige kwik hiermee vermeden kan worden; dit gebruik is inmiddels in een aantal landen aan banden gelegd of zal dat binnenkort worden.

De uitvoering van de vacuümstabiliteitstest met behulp van drukopnemers is echter nog niet als zodanig in de bovengenoemde keurings-voorschriften vastgelegd. Bij het herzien van STANAG 4147 vindt momenteel wel overleg plaats om dit te doen. Voorkomen moet worden dat ieder land de test met drukopnemers op een andere wijze gaat uitvoeren.

2.4 Uitgevoerde activiteiten '91/'92

In de afgelopen periode is literatuuronderzoek uitgevoerd naar de toepasbaarheid van drukopnemers bij een dergelijke testmethode. Daarbij is ook gekeken naar de manier waarop andere landen deze test gebaseerd op elektronische drukopnemers hebben ontwikkeld. Op basis van deze gegevens en eigen ervaring is een ruw plan opgezet om de test te voorzien van deze drukopnemers. Een aantal componenten daarvoor zijn besteld. In de komende periode zullen testopstellingen met drukopnemers opgebouwd worden waarbij onder andere de volgende punten de nodige aandacht zullen krijgen:

- lekvrije aansluitingen van (glazen) verwarmingsbuizen met drukopnemers, onder alle experimentele omstandigheden;
- kalibratie van de drukopnemers;
- opzet van een data-acquisitie systeem;
- vergelijking van meetresultaten van tests met drukopnemers en kwikmanometers.

3 DIFFERENTIAL SCANNING CALORIMETRY

3.1 Inleiding

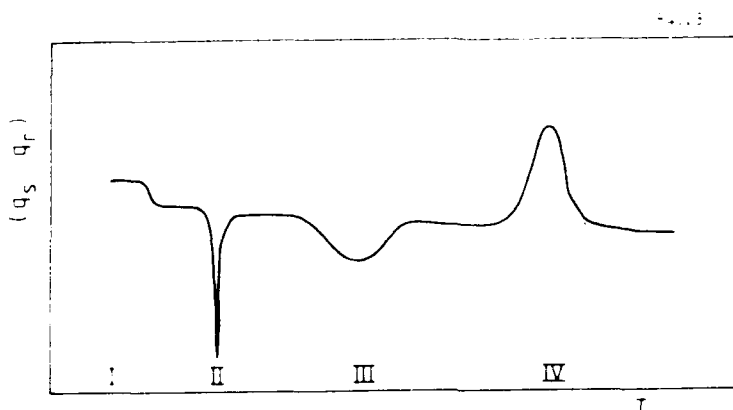
"Differential Scanning Calorimetry" (DSC) is een techniek waarmee de warmteproductie of -absorptie van een te onderzoeken energetisch materiaal of explosief als functie van de temperatuur wordt vastgesteld. Het verschil in energietoevoer aan het monster en een referentiemateriaal wordt onder gelijke omstandigheden tijdens het doorlopen van een temperatuurtraject gemeten. In een aantal publicaties wordt deze techniek ook wel aangeduid als DTA, Differential Thermal Analysis. Dat is niet geheel correct, omdat de werking van DTA en DSC op verschillende principes berust, hoewel de verkregen resultaten vergelijkbaar zijn. Ook in AOP-7 komen beide benamingen, DSC en DTA, voor.

Bij temperatuursverandering van het energetische materiaal kunnen zowel endotherme als exotherme enthalpieveranderingen optreden, die een gevolg zijn van bijvoorbeeld faseovergangen (smelten, koken, verdampen of kristalovergangen) of chemische reacties (ontleding, oxidatie). De enthalpieverandering die als gevolg van een dergelijk fysisch of chemisch proces optreedt wordt gedetecteerd volgens een differentiele methode. Geregistreerd wordt de functie $q_{(s)} - q_{(r)}$, waarbij $q_{(s)}$ de energietoevoer aan het energetische materiaal en $q_{(r)}$ de energietoevoer aan het inerte referentiemateriaal is.

Tijdens het doorlopen van het te onderzoeken temperatuurtraject treedt geen temperatuurverschil op tussen monster- en referentiemateriaal.

Bij een exotherme reactie wordt $q_{(s)}$ bijvoorbeeld kleiner dan $q_{(r)}$ aangezien door de warmteproductie van het monster minder energie benodigd is om monster- en referentiemateriaal gelijk in temperatuur te houden.

Een voorbeeld van een DSC-curve is weergegeven in figuur 3.1.



Figuur 3.1 Voorbeeld van een DSC-curve

In deze figuur worden vier soorten overgangen weergegeven:

- I een verschuiving van de basislijn als gevolg van een glasovergang;
- II een endotherme piek ten gevolge van het smelten van het monster;
- III een endotherme piek veroorzaakt door een dissociatiereactie;
- IV een exotherme piek veroorzaakt door een ontledingsreactie.

De hoeveelheid pieken en de aard, de vorm en de plaats van elke endotherme of exotherme piek kunnen worden gebruikt bij de identificatie van de te onderzoeken stof. Aangezien het oppervlak onder de piek evenredig is met de mate van energieverandering, kan met deze techniek de reactiewarmte tevens kwantitatief bepaald worden.

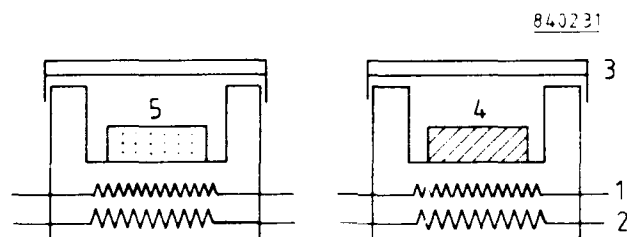
Een groot aantal factoren is van invloed op de, uit het experiment resulterende, meetcurve. Zo wordt het verlopen van de basislijn beïnvloed door onder meer veranderingen in warmtecapaciteit, warmtegeleidbaarheid, deeltjesgrootte, pakkingsdichtheid en krimp en rek van het materiaal. Hiernaast heeft ook de snelheid van opwarmen van het materiaal een belangrijke invloed op de uiteindelijke vorm van de curve.

Met DSC kan op snelle wijze bepaald worden welke endotherme en exotherme warmte-effecten optreden binnen een zeker temperatuurtraject, terwijl tevens de grootte van deze effecten kwantitatief vastgesteld kan worden.

Met het oog op de thermische stabiliteit van een energetische stof in relatie tot de veiligheid van productie, opslag (compatibiliteits-onderzoek) of transport wordt afhankelijk van de DSC-resultaten

vaak besloten of het noodzakelijk is met een gevoeliger meetmethode, zoals de adiabatische bewaarproef of de isotherme bewaarproef, de warmteproductie als functie van de temperatuur te bepalen. Ook laatstgenoemde tests zijn voor Nederland opgenomen in AOP-7 (onder "Stability") en worden tevens genoemd in het oranje boek.

Het meetprincipe van de gebruikte DSC-apparatuur (Perkin-Elmer DSC-4) is schematisch weergegeven in figuur 3.2. Met de DSC-4 kunnen stoffen worden onderzocht in het temperatuurtraject van -140 tot $+600^{\circ}\text{C}$.



Figuur 3.2 Meetprincipe van DSC
1 temperatuurvoeler
2 verwarmingselement
3 deksel van de meetcel
4 referentievat
5 monstervat

De apparatuur is opgebouwd rond twee meetcellen gemaakt van een platina-legering. Deze meetcellen, waarin het monster- en referentievat geplaatst worden, bevatten elk een temperatuurvoeler en een verwarmingselement. De cellen zijn gemonteerd in een aluminium blok dat een constante temperatuur heeft. De meetcellen kunnen worden opgewarmd met opwarm snelheden variërend tussen $0.100^{\circ}\text{C}/\text{min}$ en $200^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

De experimenten kunnen onder verschillende condities worden uitgevoerd aangezien de meetcel naar keuze met elk type gas kan worden doorspoeld. Er zijn twee type vaatjes waarmee de proef kan worden uitgevoerd, te weten een aluminium vaatje met een volume van 20 mm^3 en een maximale statische overdruk van circa 200 kPa en een roestvast stalen drukvaatje met een volume van 45 mm^3 en een maximale statische overdruk van 15 MPa . De experimenten kunnen zowel open als met gesloten vaatjes worden uitgevoerd. Het referentievatje is doorgaans leeg.

De detectiegrens bedraagt voor een monster met een ingewogen massa van 10 mg ongeveer 5 W/kg .

3.2 Toepasbaarheid van de test

Met behulp van de DSC is het mogelijk diverse fysische grootheden te bepalen, zoals:

- smeltpunt (traject);
- ontledingstemperatuur;
- ontledingsenthalpie;
- compatibiliteitsonderzoek;
- soortelijke warmte.

Deze grootheden kunnen van een breed scala aan energetische materialen worden bepaald.

3.3 Relatie met AOP-7

Het meten met behulp van de DSC is opgenomen in AOP-7 onder de categorie 'Hazard Assessment Tests', item 'Stability' van een stof.

De techniek is door de navolgende landen ingediend als testmethode:

- | | |
|-------------|-------------|
| - Canada | - Frankrijk |
| - Duitsland | - Italie |
| - Nederland | - USA |

De wens bestaat om een testmethode gebruikmakend van DSC als techniek voor bepaling van de verenigbaarheid in te voeren in de STANAG 4147.

3.4 Status van de apparatuur

Bij aanvang van dit project vond registratie van het signaal plaats in de vorm van een penrecorder en een PDP-11 computer. Het computersysteem was zeer verouderd en voldeed niet aan de huidige eisen. Daarnaast speelde mee dat verwerking van de geregistreerde signalen niet meer met de huidige computerapparatuur door de computerafdeling ondersteund werd.

3.5 Activiteiten in '91 en '92

De signalen welke door de DSC afgegeven worden zijn voor zowel het temperatuur- als het warmtesignaal, mV-signalen. Het te ontwikkelen data-acquisitiesysteem dient twee signalen te kunnen registreren en uiteindelijk een complete verwerking van het signaal te bewerkstelligen. Als communicatie tussen de DSC en de computer werd een keuze gemaakt voor een data-acquisitiekaart. Voor de registratie van de signalen was een softwarepakket een noodzaak.

3.5.1 Hardware voor data-acquisitie

Voor de data-acquisitiekaart is de keuze gemaakt voor het Keithley-570 systeem. Dit systeem heeft de mogelijkheden om zestien signalen differential of tweeëndertig signalen 'single-ended' te meten. Verder zijn er verschillende A/D-ranges aanwezig om een signaal zo optimaal mogelijk te registreren eventueel met behulp van versterkingsfactoren.

3.5.2 Software voor data-acquisitie

Voor de software-matige aansturing van de data-acquisitiekaart is gekozen voor het softwarepakket "ASYST" (A Scientific System). Met behulp van dit pakket kunnen op een redelijk eenvoudige wijze diverse acquisitiekaarten aangestuurd worden. Met behulp van de vele aanwezige commando's is het mogelijk een compact programma te schrijven voor zowel de acquisitie als voor de verwerking van de signalen. Het maken van plots en de gewenste uitvoer naar een plotter en/of printer behoort tot standaard commando's in ASYST.

3.6 Stand van zaken met betrekking tot ontwikkeling

Tot het moment van het schrijven van dit rapport zijn er een aantal modules (menus) van het programma in grote lijnen ontwikkeld, namelijk:

- hoofdmenu;
- invoermenu;
- acquisitiemenu;
- stopmenu.

Bij het hoofdmenu heeft men de keuze uit diverse opties om aan de slag te gaan, zoals in onderstaand voorbeeld is te zien:

Hoofdmenu voor DCS-metingen

11:19:37.89

File handelingen

Uitvoer File voor Data

Stoppen van een meting

Uitvoeren van diverse berekeningen

Invoer Stopgegevens

Starten van meting

Maken van een resultaat plot

Bij het invoermenu worden alle gegevensparameters van belang bij de proef ingevoerd, standaard komt het programma met een aantal default waarden op:

<i>Invoermenu voor stofgegevens</i>		11:19:49.64
Naam van de te onderzoeken stof	Teststof	
Proefnummer (1 ... 4000)	1	
Stofidentificatienummer jr-EVM-??	91-EVM-002	
Massa van de stof ##.#### mg	5.0000	
Gebruikte vaatje bij de meting (lucht/stikstof)	RVS-gesloten	
Gas gebruikt bij overleiden	lucht	
Atmosfeer bij monster (lucht/stikstof)	lucht	
Toestand van de stof (liquid/solid/pasta)	liquid	

Met behulp van het acquisitiemenu wordt de kaart geactiveerd om meetpunten te registreren, terwijl het stopmenu deze actie stopt en alle meetpunten opslaat in een ASCII-datafile. Tijdens het registreren van de meetpunten is het mogelijk andere handelingen op de PC uit te voeren, daar de acquisitie op de 'background' wordt uitgevoerd.

3.7 Toekomst en planning

De activiteiten in de toekomst zullen bestaan uit het afronden van het data-acquisitieprogramma en vervolgens het in de praktijk testen van het systeem. Met behulp van de DSC is het dan mogelijk een databestand op te gaan zetten waarin zoveel mogelijk kenmerken van kruiden en explosieven opgeslagen kunnen worden. Daarnaast zal interpretatie van verkregen DSC resultaten en hun toepassing binnen de kwalificatie van een energetische stof plaats moeten vinden.

4 VONKTEST

4.1 Inleiding

Een aantal explosieve stoffen kan tot ontsteking gebracht worden door middel van een vonk. Als gevolg van deze ontsteking kan een dergelijk materiaal gaan branden of exploderen. Vonken kunnen op allerlei wijzen ontstaan; bijvoorbeeld in werkende niet-vonkvrije elektrische apparaten, in niet vonkvrije elektrische schakelaars, etc. Daarnaast kunnen vonken ontstaan als gevolg van het ontladen van een elektrostatisch opgeladen materiaal.

Voor explosieve stoffen, maar bijvoorbeeld ook voor brandbare stoffen, is het dus belangrijk te weten hoe gevoelig een stof is voor een vonk-initiatie. Om deze reden zijn wereldwijd vonkgevoelighedsapparaten ontwikkeld, die gebaseerd zijn op het doseren van een elektrisch opgewekte vonk waarvan de energie gevarieerd kan worden. De vonkgevoeligheid wordt dan ook uitgedrukt in termen van een minimale vonkenergie benodigd om een stof juist te initiëren danwel een minimale vonkenergie waarbij 50% van de tests tot initiatie leidt. Deze waarden zijn karakteristiek voor de gevoeligheid van een materiaal voor vonkinitiatie.

Een veelheid aan parameters is van invloed op de hoeveelheid vonkenergie benodigd voor ontsteking onder andere:

- de vorm van de explosieve stof;
- het vochtgehalte;
- de dichtheid;
- het specifiek oppervlak;
- de samenstelling (belangrijk bij onder andere kruiden);
- de atmosfeer;
- de temperatuur.

In het algemeen zijn de apparaten gebaseerd op het ontladen van een met een hoge voorspanning opgeladen condensator naar een gearde metalen plaat. Deze ontlading gaat gepaard met een vonkoverslag. Het te onderzoeken materiaal is zodanig aangebracht op de gearde metalen plaat dat de vonk zijn weg vindt door het te testen materiaal heen.

Naast genoemde parameters spelen tevens de volgende apparaattechnische factoren een rol bij de bepaling van de vonkgevoeligheid:

- vorm van de gebruikte ontladingsnaald;
- dikte van de ontladingsnaald;
- afstand van ontladingsnaald tot het te testen explosief;
- de toegepaste voorspanning over de condensator;
- de toegepaste condensatoren;
- de toegepaste weerstanden.

De vonktest wordt veelal toegepast op explosieve stoffen, pyrotechnische mengsels en detonatoren.

4.2 Relatie vonktest met STANAG/AOP

De vonktest is opgenomen als kwalificatietests in AOP-7 Categorie 200 (Hazard Assessment Tests). In deze categorie zijn die testmethoden opgenomen die de gevoeligheid van explosieve stoffen bepalen voor verschillende typen van meest waarschijnlijke vormen van stimuli waaraan ze kunnen worden blootgesteld.

De vonktest wordt uitgevoerd bij diverse schaalgroottes (mg tot enkele tientallen grammen). Voor de kleine schaal-tests is door de Franse afvaardiging in de AC/310 Ad Hoc groep betreffende harmonisatie van kwalificatietests vlgs. AOP-7, een tabel opgesteld van de verschillende vonkgevoeligheidstests met bijbehorende specificaties en criteria.

De verschillen in deze kleine-schaal-tests zijn in de volgende tabel (tabel 4.1) weergegeven:

Tabel 4.1 Opsomming vonkgevoeligheidstests (kleine schaal)

	Monster grootte	Elektrode vorm	Voltage [kV]	Capaciteit [uF]	Energie [Joule]
Canada	-		tot 25	1	
FRG	25 mm ³	naald+plaat			0.001-10
UK	100 mm ³	plaat+plaat			0.01-0.001
US-1-Pic		naald+plaat			
US-2-NWC					0.001-0.25
US-3-NOS	20 mg		tot 50	0.001-1	0.00125-12.5
US-4-Crane	20-30 mg		tot 50		
US-5-NSWC	50 mg	naald+plaat	tot 50		
US-6-Hercu		naald+plaat			
F-SNPE	120 mm ³	naald+plaat	tot 22		tot 0.726
F-GRCPC	20 mg	naald+bolvorm	tot 25		tot 4.95
NL-TNO	10 mm ³	naald+plaat	0.1-30	0.001-0.01	

Voor de uitvoering van de vonktest op grote schaal is thans geen faciliteit op het PML-TNO aanwezig.

De testprocedure ter bepaling van de vonkgevoeligheid en de criteria van de in tabel 4.1 genoemde tests zijn in tabel 4.2 weergegeven.

Tabel 4.2 Opsomming testprocedure en criteria van de vonkgevoeligheidstests genoemd in tabel 4.1

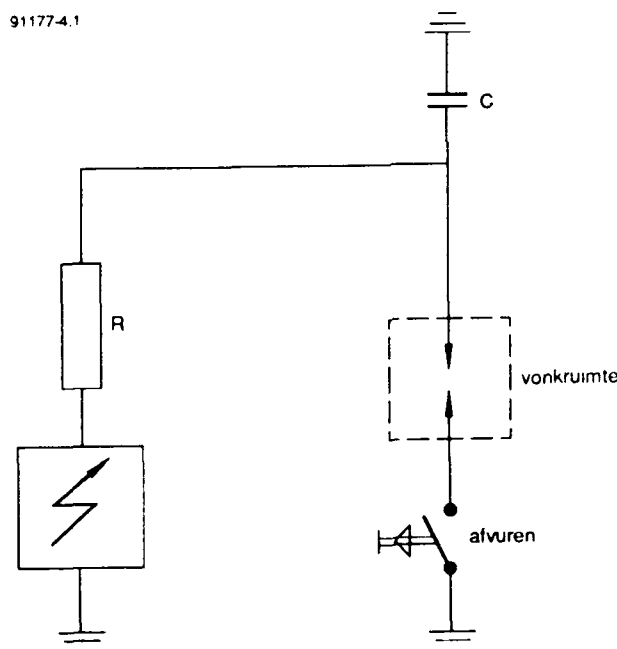
	Testprocedure	Criterium voor vonkgevoeligheid
Canada	-	-
FRG	-	-
UK	50 tests per capaciteit	laagste energie niveau met 50 negatieve tests
US-1-Pic	-	-
US-2-NWC	20 tests per energieniveau	geen ontsteking met 0.25 Joule
US-3-NOS	20 tests per energieniveau	laagste energie niveau met 20 negatieve tests
US-4-Crane	-	-
US-5-NSWC	20 tests per energieniveau	laagste energie niveau met 20 negatieve tests
US-6-Hercu	-	-
F-SNPE	-	-
F-GRCPC	20 tests per energieniveau	laagste energie niveau met 20 negatieve tests
NL-TNO	in ontwikkeling	in ontwikkeling

Het reeds op het PML aanwezige vonkapparaat kwam met geen van de bovengenoemde specificaties overeen. Er wordt naar gestreefd het apparaat zodanig aan te passen dat zoveel mogelijk wordt aangesloten bij de UK-beschrijving van het vonkapparaat zoals opgenomen in AOP-7.

4.3 Status vonktest bij aanvang project

Bij aanvang van het project was er een sterk verouderd en niet operationeel vonkapparaat aanwezig op het PML-TNO. Aan de huidige eisen voor veilig werken met een dergelijk apparaat kon niet worden voldaan. Onder andere was het hoogspanningsgedeelte van het apparaat (spanningen tot maximaal 30 kV) onvoldoende beveiligd en afgeschermd. Ook was het mogelijk om tijdens een experiment de beschermkap van het apparaat af te halen, waardoor bij een eventuele ontsteking het energetisch materiaal (al dan niet brandend) weg kan springen.

Tevens was de ontsteeknaald niet beveiligd tegen aanraking van buitenaf. Schematisch is de oude opstelling weergegeven in figuur 4.1.



Figuur 4.1 Schematische weergave van het oude vonkapparaat

In de oude situatie werd voorafgaand aan ontsteking de hoogspanning-voedingskabel met behulp van een metalen klem op de elektrodehouder gedrukt en na oplading van de condensatoren ook weer met de hand verwijderd, met alle risico's van dien. Als monsterhouder in de ontsteekruimte diende een plexiglazen houder. De afmeting van de opening in de houder was: diameter 2.4 mm, dikte 2.2 mm, inhoud circa 10 mm³. Deze afmetingen wijken af van alle in tabel 4.1 genoemde vonktest-opstellingen.

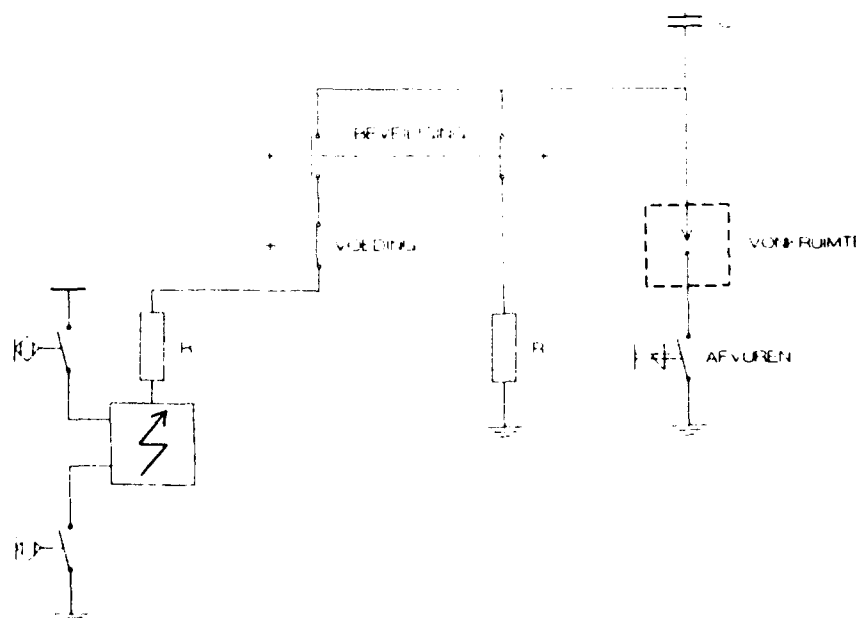
4.4 Uitgevoerde activiteiten in '91/'92

In de afgelopen rapportageperiode is het vonkapparaat op verschillende punten aangepast, om hem overeen te laten komen met de UK-apparatuur, zoals beschreven in AOP-7. Belangrijk is hierbij dat als monsterhouder nu gebruik wordt gemaakt van een polytheen strip van 3 mm dik met een gat met een diameter van 6,35 mm, waardoor een monstervolume ontstaat van circa 100 mm^3 .

Er zijn nog wel enkele verschillen met de UK-beschrijving van het vonkapparaat zoals opgenomen in AOP-7. Er is geen beweegbaar platform voor de monsterhouder aanwezig. Tevens ontbreekt de carrousel voor de verschillende condensatoren. De gewenste condensator dient bij ieder experiment apart in het apparaat te worden aangebracht.

Er is veel aandacht besteed aan de eisen voor veilig werken met het apparaat. Hiertoe zijn in het apparaat twee hoogspanningsschakelaars aangebracht die in combinatie met een hoogspanningsrelais ervoor zorgen dat er bij het uitvoeren van handelingen met het apparaat, geen restspanningen aanwezig kunnen zijn.

Onder de beschermkap zijn twee microswitches aangebracht die er voor zorgen dat bij verwijdering van de kap alle spanning door middel van aarde wegvloeit. De stand van de microswitches wordt door middel van een rood of groen LED weergegeven. Tevens is er een beveiliging ingebouwd dat gedurende het moment van ontladen, de hoogspanning wordt uitgeschakeld. Dit wordt gedaan om te voorkomen dat tijdens het experiment de condensator weer wordt bijgeladen. In figuur 4.2 is het aangepaste en gemoderniseerde vonkapparaat schematisch weergegeven.



Figuur 4.2 Schematische weergave van het gemoderniseerde en aangepaste vonkapparaat

4.5 Toekomstplanning van activiteiten

Het apparaat is op het moment van rapportage operationeel. Er is echter nog op geen enkele manier ervaring opgedaan met de test. Hiervoor is het uittesten van het apparaat met diverse teststoffen en het opzetten van een bestand met gegevens van door de Krijgsmacht gewenste stoffen noodzakelijk. Ook is het noodzakelijk om de invloed van en aantal parameters, zoals de afstand van grondplaatstrip tot de ontsteeknaald, en vorm en dikte van de naald, te onderzoeken.

5 VN TESTSERIE 7

5.1 Achtergrond van testserie 7

Op grond van de VN-aanbevelingen (oranje boek) moeten explosieve stoffen en artikelen volgens vastgestelde methoden beproefd worden voor de indeling in een transport gevarenklasse. De indeling wordt gemaakt op basis van de overheersende explosie-effecten (klasse 1.1 t/m 1.4) en/of de gevoeligheid voor initiatie (klasse 1.5 en 1.6):

gevarenklasse	kenmerken
1.1	massaexplosie;
1.2	uitworp fragmenten;
1.3	hittestraling;
1.4	allerlei effecten maar beperkt binnen een straal van 15 meter;
1.5	zeer ongevoelige explosieve stoffen, die een massaexplosie kunnen vertonen (bijvoorbeeld: blasting explosives op basis van ammoniumnitraat);
1.6	extreem ongevoelige artikelen, waarin EIDS zijn verwerkt. (EIDS=Extremely Insensitive Detonating Substance)

De toe te passen testmethoden zijn ingedeeld in 7 testseries. Testseries 1 t/m 4 worden gebruikt in de acceptatieprocedure voor klasse 1.

Enerzijds wordt vastgesteld of een bepaalde stof een explosieve stof is, en of hij niet te ongevoelig is voor acceptatie in klasse 1 (serie 1 en 2). Anderzijds wordt vastgesteld of respectievelijk de verpakte stof of het artikel misschien te gevoelig is voor transport (series 3 en 4).

Testseries 5, 6 en 7 worden gebruikt om de juiste indeling in één van de klassen 1.1 t/m 1.6 te bepalen.

Met testserie 6 wordt vastgesteld wat het voornaamste explosie-effect is. Met dit resultaat kan de stof of het artikel (in verpakking) toegewezen worden aan de gevarenklasse 1.1, 1.2, 1.3 of 1.4.

Als men een explosieve stof in klasse 1.5 wil indelen, moet testserie 5 worden uitgevoerd in plaats van serie 6.

Om een artikel in aanmerking te laten komen voor gevarenklasse 1.6 moet testserie 7 worden uitgevoerd (in plaats van serie 6).

De artikelen uit deze klasse bevatten uitsluitend extreem ongevoelige detonerende stoffen (Extremely Insensitive Detonating Substances, EIDS). Voorts hebben deze artikelen een verwaarloosbare kans op een onbedoelde initiatie of propagatie. Het gevaar van deze artikelen is daardoor beperkt tot de explosie van een enkel artikel.

Het begrip EIDS moet niet verward worden met 'Insensitive Munition' (IM), dat gedefinieerd wordt in het NAVO-document STANAG 4439.

Testserie 7 is een nieuwe testserie, die uit tien tests bestaat: zes tests voor explosieve stoffen en vier voor explosieve artikelen. Een stof is een EIDS als hij de test 7(a) t/m (f) allemaal doorstaat.

Dat zijn de volgende tests:

- a EIDS cap test; is de explosieve stof inleidbaar met een detonator;
- b EIDS gap test; respons op een gedefinieerde (sterke) schok;
- c SUSAN impact test of FRIABILITY test; hoe reageert de stof wanneer het aan hoge versnelling of vertraging wordt blootgesteld;
- d EIDS bullet impact test; respons op impact en penetratie;
- e EIDS external fire test; respons op een externe vuurhaard;
- f EIDS slow cook-off test; respons op langzame opwarming.

Een artikel dat EIDS bevat (en geen andere explosieve stoffen), wordt ingedeeld in gevarenklasse 1.6 indien het voldoet aan de criteria van test 7(g) t/m 7(k):

- g Article external fire test;
- h Article slow cook-off test;
- j Article bullet impact test;
- k Article stack test (kunnen sympatische detonaties optreden).

Volgens het oranje boek (Tests and Criteria, paragraaf 45.12) moet een stof voor een klasse 1.6 artikel ook testserie 3 ondergaan. De tests uit serie 7 zijn ofwel afgeleid van bestaande tests, waarbij de dimensies zodanig gewijzigd zijn, dat de test geschikt is voor ongevoelige stoffen, (die immers ook een veel grotere kritische diameter hebben) ofwel nieuw ontwikkeld. Met deze tests bestaat dan ook nog geen ervaring in Nederland. Ook in de literatuur wordt nauwelijks of geen melding gemaakt van ervaringen met deze testserie.

Aan de andere kant is internationaal de trend waarneembaar dat men steeds vaker ongevoelige explosieve stoffen wil gaan toepassen. In de toekomst moet een bevoegde instantie dus ook in staat zijn om ongevoelige explosieve stoffen of munitie waarin deze zijn toegepast te classificeren.

Daarom past het opdoen van ervaring met testserie 7 goed in de opdracht kwalificatie/classificatie van explosieve stoffen. Vanwege de beperkte capaciteit zijn drie tests geselecteerd:

- 7 (b) de EIDS gap test (paragraaf 5.2);
- 7 (e) de EIDS external fire test (paragraaf 5.3);
- 7 (f) de EIDS slow cook-off test (paragraaf 5.4).

Als testspringstof is gekozen voor PBX (85% RDX en 15% kunststof-bindmiddelen). Verwacht wordt dat dit soort springstoffen mogelijk voldoet aan de eisen voor EIDS. In onderstaande hoofdstukken worden de tests en ervaringen nader uitgewerkt.

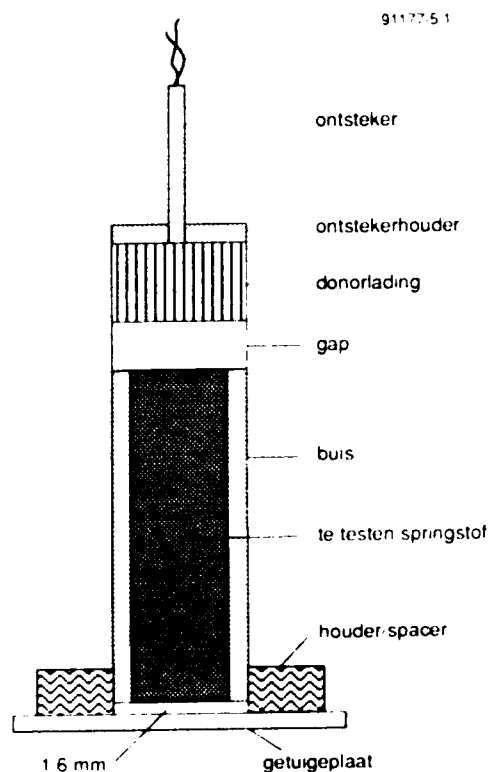
5.2 EIDS gap test (serie 7b)

Met de EIDS gap test wordt de reactie van de te onderzoeken explosieve stof op een "standaard" schok bepaald. Een schematische tekening is opgenomen in figuur 5.1.

De te testen stof bevindt zich in een testbuis. Wanneer de stof gietbaar is wordt er rechtstreeks in de testbuis gegoten, anders worden patronen geperst die zo goed mogelijk in de buis passen.

De buis in kwestie is gemaakt van koudgetrokken naadloos staal met een uitwendige diameter van 95 mm en een wanddikte van 11 mm ($\pm 10\%$). De lengte van de buis 280 mm. De treksterkte van het staal bedraagt minimaal 420 MPa, de rek ($22 \pm 4,4$) % en de Brinell hardheid is 125.

De buis wordt op een getuigeplaat geplaatst, gemaakt van 'mild steel' met de afmetingen van $200 \times 200 \times 20$ mm (treksterkte 580 MPa, rek ($21 \pm 4,2$) % Brinell hardheid 160). Wanneer in de getuigeplaat ten gevolge van de reactie van de te testen stof een gat wordt geponst, wordt de stof geacht te zijn gedetoneerd.



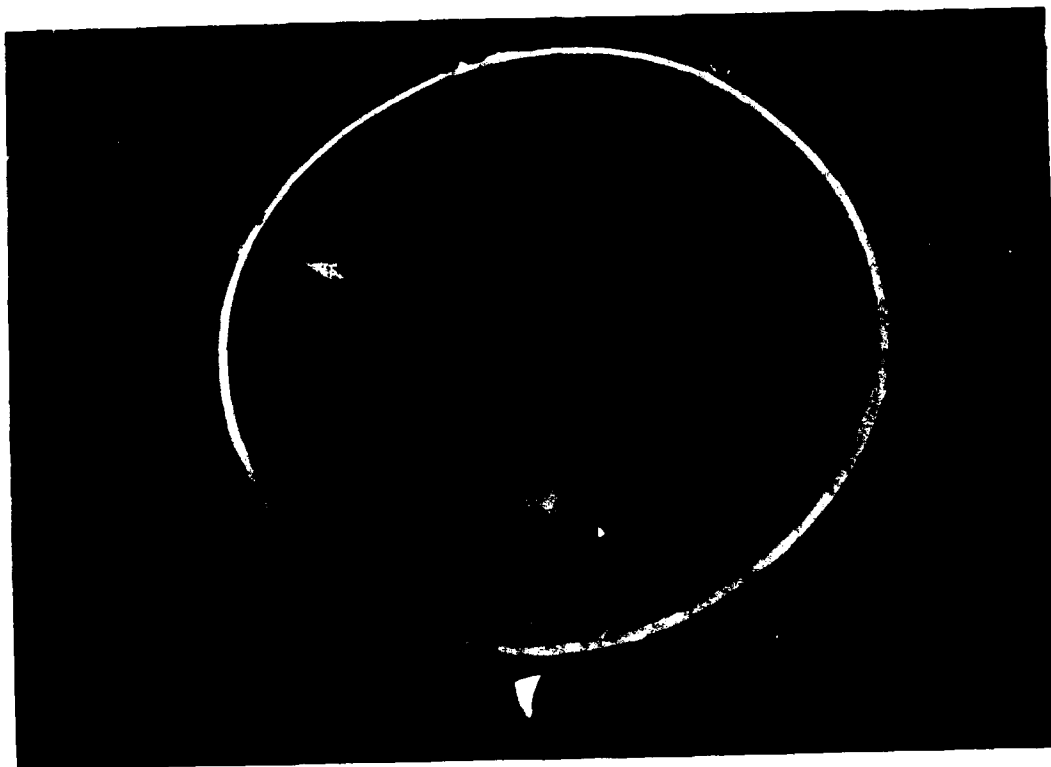
Figuur 5.1 Schematische weergave van de EIDS gap test

Aan de onderzijde van de testbuis wordt een kunststof ring bevestigd. Deze dient twee doelen: de buis staat stabieler en tussen de explosieve stof en de getuigeplaat bevindt zich een ruimte van 1,6 mm om een eventuele schokgolfoverdracht via de stalen buitenmantel uit te sluiten. De ring dient dus tevens als 'spacer'.

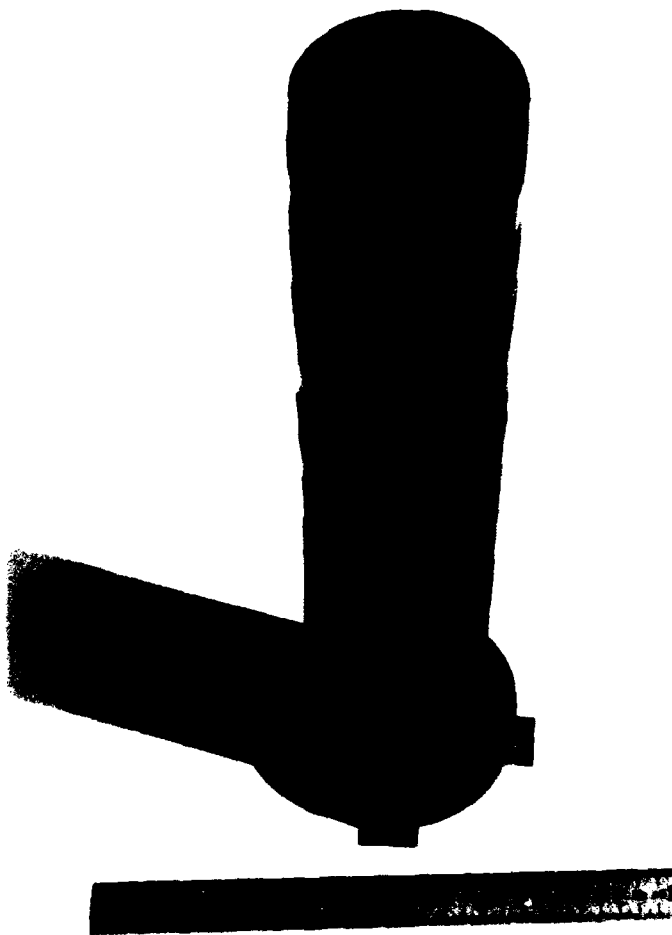
De schokgolf waarmee de te testen stof wordt belast is afkomstig van een donorlading van geperst RDX/was (diameter 95 mm, hoogte 95 mm en dichtheid $1,60 \text{ g/cm}^3$) die met een elektrische ontsteker wordt ingeleid. De schokgolfdruk wordt op de gewenste waarde gebracht door tussen de donorlading en de testbuis een cilinder plexiglas (PMMA) met een diameter van 95 mm en een hoogte van 70 mm te plaatsen. Deze cilinder wordt de 'gap' genoemd.

Het geheel van donorlading, gap, testbuis, spacer en getuigeplaat wordt in een testbunker geplaatst, in een stalen cilinder die als functie heeft de scherven die eventueel gevormd worden te remmen. De vloer van de bunker wordt beschermd door een multiplex plaat. Tussen de getuigeplaat en onder-

grond worden stalen balken aangebracht, waarbij ervoor wordt gezorgd dat de ruimte die er eventueel uitgeponst wordt, vrij blijft (zie ook figuur 5.2).

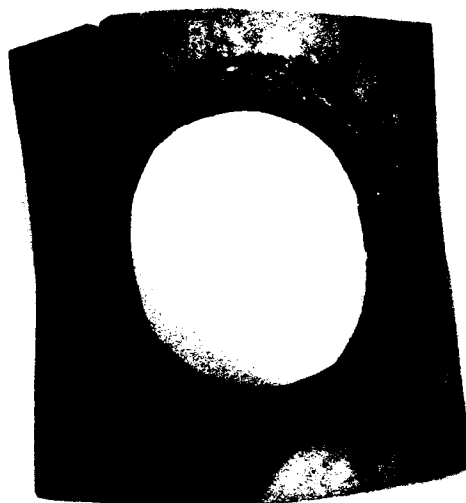


Figuur 5.2-I Opstelling EIDS gap-test



Figuur 5.2-II Opstelling EIDS gap-test

Zoals reeds vermeld, werd als teststof gekozen voor een kunststof gebonden explosief (plastic bonded explosive: PBX) bestaande uit 85% RDX en 15% bindmiddelen. In totaal zijn drie buizen gevuld met de gietbare PBX. Het resultaat van het eerste en het tweede experiment was positief; er is een detonatie geconstateerd. In de getuigeplaat is in beide gevallen een gat geponst, zie figuur 5.3.



Figuur 5.3 Getuige plaat na EIDS gap test

Besloten is om van het derde experiment af te zien omdat er aanzienlijke schade aan de bunker wordt aangericht. De bunker is bekleed met staalplaten om scherven op te vangen; deze platen zijn met behulp van ankers en moeren aan het beton bevestigd. Tussen de platen en het beton zijn houtpakketten aangebracht om de platen enigszins verend te kunnen houden.

Na twee proeven waren er drie ankers en moeren van de muren losgeraakt, die tevoren nog in goede staat waren. Bij voortzetting van de experimenten was niet uit te sluiten dat daardoor platen los kunnen raken, waardoor gevaarlijke situaties zouden ontstaan. De totale hoeveelheid explosieve stof bedraagt circa 3 kg; 1 kg voor de donorlading en ± 2 kg voor de te testen lading. Hoewel de betreffende bunker is ontworpen om een hoeveelheid van 5 kg TNT-equivalent te weerstaan, moet worden geconcludeerd dat de hier betreffende test niet in deze bunker kan worden uitgevoerd. Wellicht speelt het feit dat er eigenlijk twee afzonderlijke explosies plaatsvinden (van de donorlading en de te testen lading, met een tijdsverschil van 15 à 20 ms) een rol.

De overige twee bunkers die in principe beschikbaar zijn hebben een maximale capaciteit van respectievelijk 2 en 1 kg TNT-equivalent, en zijn dus ook ongeschikt voor dit soort tests. Nagegaan moet worden of de faciliteiten van het Laboratorium voor Ballistisch Onderzoek op Ypenburg geschikt zijn voor deze proeven, en of daar nog voldoende ruimte voor is, naast het lopende onderzoeksprogramma.

Afgezien bovengenoemd probleem van infra-structurele aard, zijn bij het uitvoeren van deze tests geen moeilijkheden opgetreden. Het is wel noodzakelijk gebleken de bestelde buizen te behandelen omdat de wanddikte niet overal even groot was. Bij navraag bleek dat deze spreiding binnen de internationaal overeengekomen toleranties voor luismateriaal valt. Het effect van een onregelmatige wanddikte zal waarschijnlijk het sterkst van invloed zijn bij een stof die zich qua gevoeligheid net op de grens bevindt.

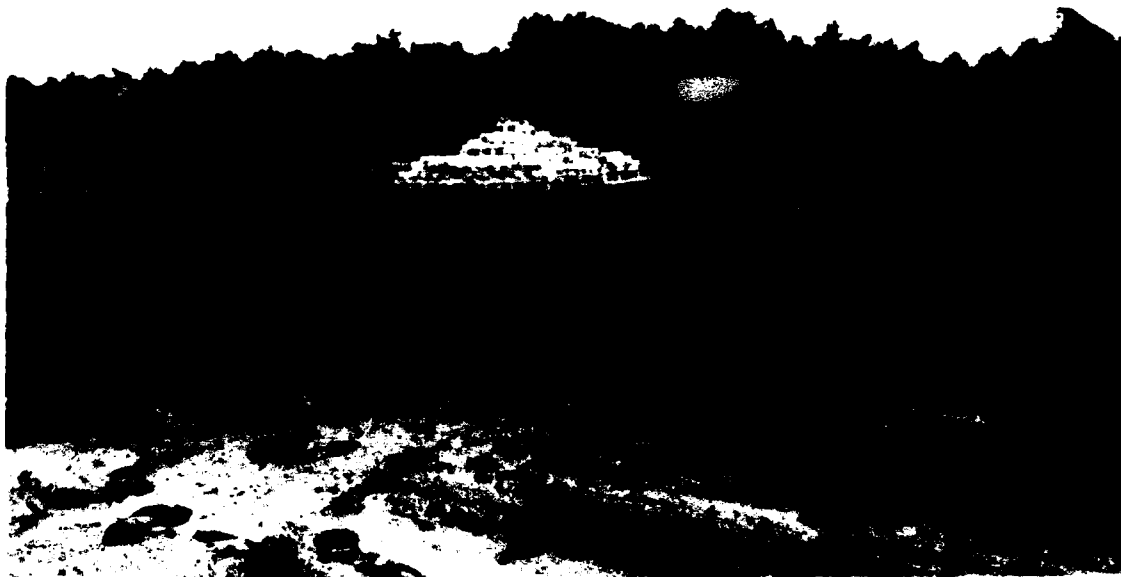
5.3 EIDS external fire test (serie 7e)

Bij de EIDS external fire test, testserie 7(e), wordt gekeken naar de explosie-effecten van een springstof als deze in een externe vuurhaard terecht komt. De explosie-effecten die hierbij worden bepaald zijn:

- schokgolfwerking;
- hittestraling;
- fragmentatie.

Tijdens de uitvoering van testserie 7(e) wordt gebruik gemaakt van een stalen test-tafel waarop de stalen buizen gevuld met de springstof worden geplaatst. De testtafel heeft een lengte van 1,70 meter, een breedte van 1,70 meter en een hoogte van 0,75 meter. Het "bovenblad" bestaat uit een stalen rooster. Rondom de te testen springstof wordt een skelet van hout (balkjes van 0,05 bij 0,05 meter) gestapeld met een breedte van een 0,5 meter. Onder de tafel komen vier reservoirs te staan die gevuld worden met een mengsel van dieselolie en benzine. Op een afstand van 4 meter vanaf de rand van test-tafel staan, aan drie zijden van de proefopstelling, aluminium getuigeschermen, die het effect van rondvliegende fragmenten vastleggen. Deze getuigeschermen, van 2 mm dik aluminium, hebben een hoogte en een breedte van 2 meter. Door het brandbare mengsel te ontsteken vat de houtstapel vlam. Hierdoor worden de stalen buizen met explosieve stof opgewarmd. Na voldoende opwarming zal de explosieve stof gaan reageren.

Figuur 5.4 toont de opstelling van een testserie 7(e).



Figuur 5.4 Opstelling van testserie 7(e)

5.3.1 Opsluiting van de explosieve stof

Tijdens testserie 7(e) is voorgeschreven dat de springstof opgesloten moet zijn in een stalen buis. Deze stalen buis heeft een voorgeschreven lengte van 20 cm, een diameter van 4,5 cm en een wanddikte van 0,4 cm. De stalen buis moet afgesloten worden met behulp van twee stalen doppen die worden vastgedraaid met een moment van 204 Nm. Testserie 7(e) wordt uitgevoerd met in totaal vijftien van deze stalen buizen gevuld met de te onderzoeken explosieve stof. De stalen buizen worden met staaldraad gebundeld tot drie bundels van vijf buizen. Hierdoor wordt voldoende onderling contact gemaakt voor een eventuele sympatische detonatie.

5.3.2 Meetapparatuur

In paragraaf 5.3 staan een aantal mogelijke explosie-effecten beschreven die kunnen optreden tijdens de uitvoering van testserie 7(e), te weten: schokgolfwerking, hittestraling en fragmentatie. Om deze effecten te registreren wordt rond de opstelling een aantal opnemers geplaatst. Voor het registreren van een mogelijke luchtschok (blast), worden zogenaamde blastpencils toegepast. Een blastpencil is een aërodynamisch gevormde adapter met daarin een drukopnemer. De technische specificaties van deze drukopnemer staan vermeld in tabel 5.1.

Tabel 5.1 Technische specificaties blastpencil

Merk		: PCB
Type		: 137A12
Maximale bereik	[kPa]	: 350
Resolutie	[kPa]	: 0,034
Stijgtijd	[μ s]	: 4 (10%-90% van het signaal)
Resonantie frequentie	[kHz]	: 250
Lineariteit	[%]	: 2
Temperatuurbereik	[°C]	: -17 tot +50

Voor het bepalen van de temperatuureffecten is een contactloze infrarood temperatuuropnemer toegepast (figuur 5.5) in combinatie met een videocamera. De technische specificaties van de temperatuuropnemer staan vermeld in tabel 5.2. Deze temperatuuropnemer wordt gericht op de explosieve stof in de vuurhaard.

Tabel 5.2 Technische specificaties van de contactloze infrarood temperatuuropnemer

Merk		: CINO
Type		: Comet 1000
Meetbereik	[°C]	: +600 tot +3000
Golflengte	[μ m]	: 0,96
Temperatuurrepons	[s]	: 0,5
Nauwkeurigheid	[%]	: 0,5 tot 1500°C : 2 hoger 2000°C
Emissiviteitsfactor	-	: instelbaar (van 0-1)
Analoge uitgang	[V]	: 0-1
Detektieafstand	[m]	: 0,5 tot 100



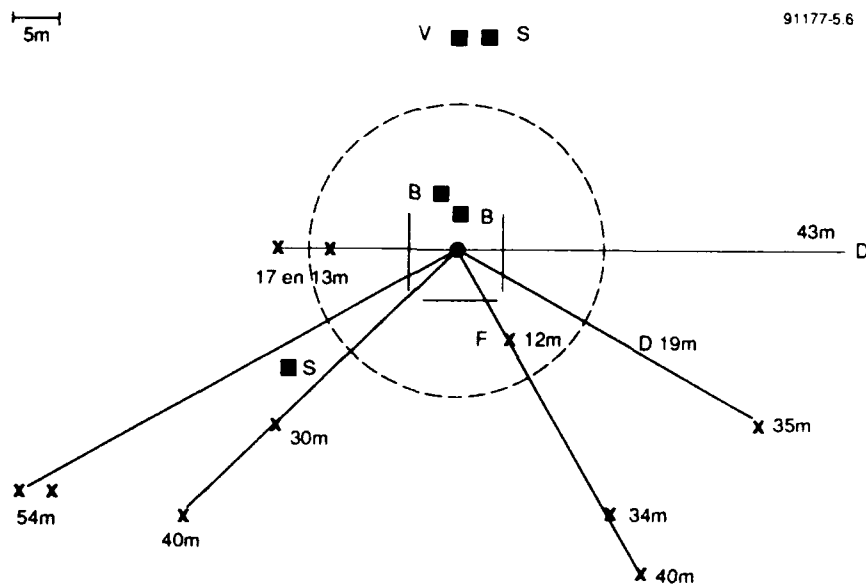
Figuur 5.5 De infrarood contactloze temperatuuropnemer

Alle signalen zijn geregistreerd door een 40 kHz, 14-kanaals instrumentatie bandrecorder. Deze bandrecorder is van het merk SElabs, type SE-3000.

De meetsignalen (blast en temperatuur) van alle proeven worden na een experiment via een AD-converter gedigitaliseerd. Deze AD-converter is van het merk DIFA BENELUX, type TS-9000, die wordt aangestuurd door een PC 386 met een 287 co-processor. De gedigitaliseerde meetsignalen worden daarna door de centrale computer van het PML-TNO verwerkt en grafische weergegeven in diagrammen. Voor het bepalen van het stralend oppervlak van de vuurhaard is een Panasonic (type NV-MS50) videocamera gebruikt. Aan de hand van de video-opname worden de afmetingen van het geprojecteerde stralend oppervlak in de tijd bepaald. De resultaten van zowel de temperatuurmetingen als de oppervlaktebepalingen worden dan met de beschikbare verwerkingsprogrammatuur [3] geplot en geanalyseerd.

5.3.3 De meetopstelling

De metingen zijn uitgevoerd op het militair schietterrein van het ISK, de Harskamp. De blastopnemers bevonden zich op afstand 4 en 6 meter vanaf de rand van de test-tafel. De videocamera en de contactloze infrarood temperatuuropnemer stonden op een afstand van 25 meter opgesteld. De registratieapparatuur bevond zich op ongeveer 200 meter afstand van de proefopstelling. Figuur 5.6 toont de posities van de meetapparatuur rond de proefopstelling. Hierin is aangegeven: de videocamera (V), de infrarood temperatuuropnemers (S) en de blastpencils (B).



Figuur 5.6 Posities meetapparatuur en plaatsen waar springstof, fragmenten en afsluitdoppen terecht zijn gekomen

5.3.4 Resultaten van het experiment

5.3.4.1 Inventarisatie van de teruggevonden delen springstof

Van de teruggevonden delen springstof is de dichtheid berekend om na te kunnen gaan of de gevonden kunststof cilinders inderdaad PBX waren (theoretisch kunnen het ook restanten van eerdere proefnemingen zijn geweest). Tabel 5.3 toont de lengte, de massa en de dichtheid van de teruggevonden delen.

Tabel 5.3 Teruggevonden delen springstof

Nummer	lengte (cm)	massa (g)	dichtheid (g/cm ³)
1	5,5	113,7	1,64
2	3,0	58,6	1,55
3	2,0	41,0	1,63
4	3,5	72,2	1,64
5	2,5	42,6	1,36
6	2,3	45,3	1,62
7	4,0	79,1	1,57
8	6,5	126,4	1,55
9	2,5	44,2	1,41
10	3,5	43,9	1,00
11	1,0	18,2	1,45
12	1,0	16,3	1,30

De teruggevonden delen springstof met nummers 5, 9, 10, 11 en 12 blijken een lagere dichtheid te hebben dan de overige delen (de dichtheid van de PBX is circa 1,58 g/cm³). Dit wijst op een aantal mogelijkheden:

- a van het PBX heeft slechts een gedeelte gereageerd;
- b de springstof in de kunststofbinder is verbrand en de kunststofbinder zelf is verkoold.

Verklaring b) lijkt het meest voor de hand te liggen; verklaring a) moet echter niet worden uitgesloten. Twee buizen zijn teruggevonden waarin nog respectievelijk 6 en 10 cm verkoold kunststof aanwezig was. Dit materiaal heeft een dichtheid van 0,09 g/cm³. Een verklaring voor deze lage dichtheid is dat de springstof uit de PBX verbrand is en dat de restanten bestaan uit verkoold bindermateriaal.

5.3.4.2 Geregistreeerde explosie-effecten

Tijdens de uitvoering van het testserie 7 (e) experiment is er geen druk afkomstig van een explosie gemeten. De temperatuur die tijdens de meting is geregistreerd, is afkomstig van de brandende houtstapel [4]. De explosieve stof heeft geen extra bijdrage geleverd aan de temperatuur van de vuurhaard.

Ondanks het feit dat de meetapparatuur geen schokgolf of hittestraling heeft geregistreerd en er geen penetratie in de getuigeschermen is waargenomen, is toch een aantal interessante resultaten naar voren gekomen, namelijk:

- in alle 15 stalen buizen heeft een explosieve verbranding (deflagratie) plaats gevonden met een lage deflagratiesnelheid;
- door deze explosieve verbranding werden de doppen van de buizen door de drukopbouw eraf "geblazen" en weggeslingerd;
- enkele buizen zijn in hun geheel opengekapt;
- geen van de stalen buizen is verscherfd. Dit geeft aan dat geen detonatie is opgetreden. Dit onderbouwt het feit dat geen schokgolf is gemeten;
- de toegepaste gietijzeren afsluitdoppen met taps toelopende schroefdraad zijn niet voldoende sterk. Bij het terugvinden van de fragmenten bleek dat de bodem van veel afsluitdoppen verdwenen was. Ook zijn er vervormde buizen teruggevonden waarop geen afsluitdop meer aanwezig was.

Figuur 5.6 (pagina 32) geeft tevens de plaatsen aan waar delen springstof (X), fragmenten (F) en afsluitdoppen (D), terecht zijn gekomen.

Figuur 5.7 toont de vervormde stalen buizen na het experiment.



Figuur 5.7 Vervormde stalen buizen

5.3.5 Conclusies

Na uitvoering van testserie 7(e) met PBX kwam een aantal zaken naar voren:

- delen niet-gereageerde of verbrand PBX zijn teruggevonden op een afstand tot 54 meter vanaf de vuurhaard;
- de gietijzeren afsluitdoppen bleken de zwakste schakel te zijn;
- geen van de geteste stalen buizen met PBX is gedetoneerd;
- scherven zwaarder dan 1 gram zijn teruggevonden op afstanden verder dan 15 meter.

Dit zou betekenen dat deze PBX onder deze testomstandigheden niet als EIDS kan worden aange-merkt, zodat een artikel met deze stof niet voor indeling in de gevarenklasse 1.6 in aanmerking kan komen.

5.3.6 Aanbevelingen

Omdat is gebleken dat de gietijzeren afsluitdoppen de zwakste schakel waren, is het aan te bevelen een vervolproef uit te voeren met afsluitdoppen van een steviger staalsoort. Deze vervolproef geeft informatie of de PBX een drukopbouw kan leveren die leidt tot een detonatie.

Een tweede mogelijkheid is dezelfde afsluitdoppen toe te passen met een andere springstof waarvan bekend is dat het geen EIDS is. Dit geeft informatie over hoe de stalen buizen met gietijzeren afsluitdoppen zich gedragen bij een gevarenklasse 1.1 springstof.

Internationaal overleg over de te gebruiken buis en afsluitdop is nodig. De VN-beschrijving is hieromtrent niet duidelijk.

5.4 EIDS slow cook-off test (serie f)

De EIDS slow cook-off test bepaalt de invloed van een langzame opwarming van explosieve stof, bijvoorbeeld wanneer er in een naburige ruimte een brand woedt. De te testen explosieve stof bevindt zich in een buis die identiek is aan de buis die beschreven is in paragraaf 5.3.1. Deze buis wordt in een oven geplaatst die de lucht verwarmt met een snelheid van 3,3°C/uur. Door de trage wijze van opwarming zal de temperatuur in de explosieve stof overal nagenoeg gelijk zijn, en kan ontleding en eventuele 'thermal runaway' in de gehele stof plaatsvinden. In vergelijking met ander cook-off tests wordt met deze test dus de reactie van een thermische belasting van de explosieve stof bepaald. Bij de andere cook-off tests wordt meer een combinatie van warmteoverdracht en reactie op de thermische belasting bepaald. De stof wordt afgewezen als EIDS wanneer een detonatie of een heftige reactie wordt waargenomen: fragmentatie van één of twee schroefkappen en fragmentatie van de buis in meer dan drie scherven.

Bij de EIDS slow cook-off test worden dezelfde buizen gebruikt als bij de EIDS external fire test. Hierbij treden dus ook dezelfde nadelen van de zwakke doppen op. Gezien de langzame opwarmingsnelheid vereist deze test veel aandacht en dus tijdsbesteding. Vandaar dat is afgezien van het uitvoeren van deze test totdat de verbeterde buizen beschikbaar zijn.

6 CONCLUSIES/AANBEVELINGEN

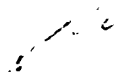
- De automatisering van de DSC zal in de komende periode afgerond en vervolgens in de praktijk getest moeten worden. Vervolgens zal een databestand opgezet en bijgehouden moeten worden met daarin opgenomen zoveel mogelijk kenmerken van kruiden en explosieven. Daarnaast zal interpretatie van verkregen DSC resultaten en de wijze van toepassing binnen de kwalificatie van een energetische stof nader moeten worden bekeken.
- Geconcludeerd wordt dat de vonktest operationeel is gemaakt in de afgelopen rapportageperiode. Het apparaat zal nu echter in de praktijk moeten worden getest. Hiervoor is het uittesten van het apparaat met diverse teststoffen en het opzetten van een bestand met gegevens van door de Krijgsmacht gewenste stoffen noodzakelijk. Ook is het noodzakelijk om de invloed van een aantal parameters, zoals de afstand van grondplaatstrip tot de ontsteeknaald, vorm en dikte van de naald, te onderzoeken.
- Geconcludeerd wordt dat met de EIDS gap test op relatief simpele wijze een goede indruk kan worden verkregen over de gevoeligheid van een explosieve stof. Vanwege de grote hoeveelheid die voor een test benodigd is (3 keer 2 kg plus gietverliezen) is de test minder geschikt om te gebruiken tijdens de ontwikkeling van nieuwe explosieve stoffen. Deze grote hoeveelheid explosieve stof stelt tevens eisen aan de te gebruiken faciliteit.
- Geconcludeerd moet worden dat het PML-TNO op dit moment op de locatie Plaspoelpolder geen bunkers heeft die geschikt zijn om de EIDS gap test uit te voeren. Het is de verwachting dat deze test (en andere tests waarbij grotere hoeveelheden explosieve stof gebruikt moeten worden) in de toekomst vaker uitgevoerd zal moeten worden. Daarom wordt aanbevolen na te gaan of de schietunnel van het Laboratorium voor Ballistisch Onderzoek op Ypenburg hiervoor mogelijkheden biedt, qua geschiktheid en bezettingsgraad, en of er fondsen zijn om nieuwbouw te kunnen financieren.
- Op basis van resultaten verkregen in testserie 7e wordt geconcludeerd dat de gietijzeren afsluitdoppen de zwakste schakel vormden. Aanbevolen wordt een vervolgprouf uit te voeren met afsluitdoppen van een steviger staalsoort (geeft informatie of de PBX een drukopbouw kan leveren die leidt tot een detonatie). Tevens wordt aanbevolen dezelfde afsluitdoppen toe te passen met een andere springstof waarvan bekend is het geen EIDS is (geeft informatie hoe de stalen buizen met gietijzeren afsluitdoppen zich gedragen bij een gevarenklasse 1.1 springstof).
Tevens is internationaal overleg nodig over de te gebruiken buis en afsluitdop. De VN-beschrijving is hieromtrent niet duidelijk.

7 ONDERTEKENING

Het onderzoek stond onder de algehele leiding van Ing. P. Schuurman.

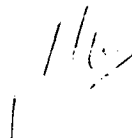
De modernisering van de vacuümstabiliteitstest vindt onder leiding van Drs. R. Eerligh plaats en wordt uitgevoerd door A.J.J. Klein en mevr. M.A. Schrader. De automatisering van de DSC wordt uitgevoerd door Ing. W.P.C. de Klerk. Het operationeel maken van de vonktest is onder leiding van Ing. W.P.C. de Klerk uitgevoerd door L.H. van Broeckhuysen. De VN proeven serie 7 zijn uitgevoerd onder leiding van Ing. H.H. Kodde en E.G. de Jong, door M.W.L. Dirkse, F.A.M.H. Jacobs, J.C. Makkus en A.M. Steenweg. De in testserie 7 geteste PBX is door de Sectie Pyrotechniek vervaardigd.

De ondergetekenden verklaren hierbij dat de resultaten van het onderzoek zorgvuldig in het rapport zijn weergegeven.

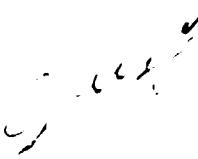


Ing. P. Schuurman
(projectleider/auteur)

M.W.L. Dirkse
(auteur)



Drs. R. Eerligh
(auteur)



E.G. de Jong
(auteur)

Ing. W.P.C. de Klerk
(auteur)

Ing. H.H. Kodde
(auteur)

8 REFERENTIES

- 1 Voorschrift betreffende het typeclassificeren van munitie en het kwalificeren van explosieve stoffen, MP 40-22, Ministerie van Defensie, 1991.
- 2 United Nations
Recommendations on the Transport of Dangerous Goods, tests and Criteria, New York, 1990, Second Edition, (ST/SG/AC.10/11/Rev.1).
- 3 Verhagen, Th.L.A.
Een overzicht van de mogelijkheden van het interactive digitale signaalbewerkingspakket PMLSIGNAL.
PML 1989-IN25.
- 4 Dirkse, M.W.L.
Meetresultaten van stralingsmetingen aan klein vuurwerk en kruit, november 1990 en mei 1991 (in bewerking).

REPORT DOCUMENTATION PAGE

(MOD NL)

1 DEFENSE REPORT NUMBER (MOD-NL) TD92-2756	2 RECIPIENT'S ACCESSION NUMBER (Empty)	3 PERFORMING ORGANIZATION REPORT NUMBER PML 1992-68
4 PROJECT/TASK/WORKUNIT NO. 294491177	5 CONTRACT NUMBER A91/K/428	6 REPORT DATE November 1992
7 NUMBER OF PAGES 39	8 NUMBER OF REFERENCES 4	9. TYPE OF REPORT AND DATES COVERED Final
10. TITLE AND SUBTITLE Qualification/classification explosive materials and munition. Report II: Testdevelopment (Kwalificatie/classificatie van explosieve stoffen en munitie. Rapport II: Testontwikkeling)		
11. AUTHOR(S) M.W.L. Dirkse; Drs. R. Eerligh; E.G. de Jong; H.P.C. de Klerck; Ing. H.H. Kodde; Ing. P Schuurman.		
12 PERFORMING ORGANIZATION NAME(S) AND ADDRESS(ES) TNO Prins Maurits Laboratory P.O. Box 45, 2280 AA Rijswijk, The Netherlands		
13 SPONSORING AGENCY NAME(S) AND ADDRESS(ES) DMKL P.O. Box 90822, 2509 LV The Hague		
14 SUPPLEMENTARY NOTES The classification designation: UNCLASSIFIED is equivalent to: ONGERUBRICEERD		
15 ABSTRACT (MAXIMUM 200 WORDS (1044 BYTE)) In order to supply the armed forces with adequate support in the field of qualification/classification of explosive substances and munition, the TNO-PML performed a research assignment in which a number of preliminary activities were executed in the field mentioned above. The activities were carried out in the period June 1991 - June 1992. First, an overview is made of the relevant STANAG's and AOP's. Furthermore, it was checked which of the tests for qualification/classification can be executed at the TNO-PML. That was reported in the TNO-PML report, under the title: "Kwalificatie/classificatie van explosieve stoffen en munitie, Rapport I: Overleg en inventarisatie" (Qualification/classification of explosive substances and munition, Report I: consultations and inventory). Apart from these activities in the field of qualification regulations and available test methods, modernisation of a number of tests has commenced. This concerns the vacuum stability test, the spark test and differential scanning calorimetry. Furthermore, experience was obtained with the execution of the relatively new test series 7 from the orange book. Beside that, several recommendations are made concerning the qualification and classification tests mentioned before.		
16 DESCRIPTORS Classification Explosives Propellants Ammunition Tests	IDENTIFIERS Vacuum Stability Test Differential Scanning Calorimetry Spark Test	
17A SECURITY CLASSIFICATION (OF REPORT) ONGERUBRICEERD	17B SECURITY CLASSIFICATION (OF PAGE) ONGERUBRICEERD	17C SECURITY CLASSIFICATION (OF ABSTRACT) ONGERUBRICEERD
18 DISTRIBUTION AVAILABILITY STATEMENT Unlimited Distribution		17D SECURITY CLASSIFICATION (OF TITLES) ONGERUBRICEERD

Distributielijst

- 1 DWOO
- 2 HWO-KL
- 3/4 HWO-KLu
- 5 HWO-KM
- 6 DMKL
Kol. Ir. P.H.H. Scharp
- 7/8 DMKL-Afdeling Beproevingen
dhr. Pronk
- 9 DMKL
Militaire Commissie Gevaarlijke Stoffen
Maj. G.S.M. Kostermans
- 10/13 DMKL-Afdeling Munitie
Ing. J.A. van Gool
- 14 DMKM
LTZEI L. Schooljan
- 15 DMKM
KLTZ J.A.M. van Burik
- 16 DMKLu
Maj. Ing. J. Wijdemans
- 17/19 TDCK
- 20 Hoofddirecteur DO-TNO
- 21 Lid Instituuts Advies Raad PML
Prof. drs. P.J. van den Berg
- 22 Lid Instituuts Advies Raad PML
Prof. ir. M.A.W. Scheffelaar
- 23 Lid Instituuts Advies Raad PML
Prof. ir. H. Wittenberg
- 24 PML-TNO, Directeur; daarna reserve
- 25 PML-TNO, Directeur Programma; daarna reserve
- 26/28 PML-TNO, Secretariaat Divisie 2, Groep Eigenschappen Energetische Materialen
- 29/36 PML-TNO, auteurs
- 37 PML-TNO, Documentatie
- 38 PML-TNO, Archief